



## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **07224379 A**(43) Date of publication of application: **22.08.95**

(51) Int Cl

**C23C 14/34**(21) Application number: **06017653**(22) Date of filing: **14.02.94**(71) Applicant: **ULVAC JAPAN LTD**

(72) Inventor:

**OTA ATSUSHI  
HAGA HIDEAKI  
TANI NORIAKI  
SUU KOUKOU  
KOMATSU TAKASHI  
NAKAMURA KYUZO  
MOMONO TAKESHI  
KAWAMURA HIROAKI  
SUZUKI IKUO  
IKEDA SATOSHI  
ISHIKAWA MICHIO  
OTA YOSHIFUMI  
MATSUMOTO MASAHIRO**

[COPY]

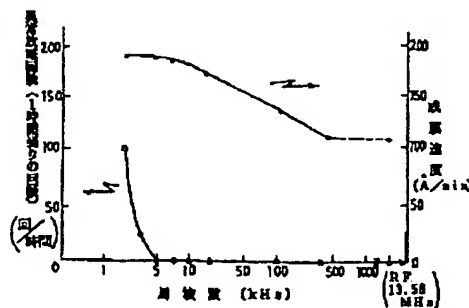
(54) **SPUTTERING METHOD AND DEVICE THEREFOR**

## (57) Abstract:

**PURPOSE:** To form a film at a high rate without generating an abnormal discharge for a long time at the time of sputtering a conductive target in a gaseous reactant atmosphere by DC sputtering by applying a positive potential on a negative-potential target in the form of a pulse.

**CONSTITUTION:** A substrate and a conductive target are opposed in a vacuum treating chamber, and the target is sputtered in a gaseous reactant atmosphere by DC sputtering to form a thin film on the substrate. In this case, a device with a power source to apply a positive potential on a negative potential connected to the target is used, and a positive potential is applied on the negative-potential target in the form of a pulse at the frequency of 5-400kHz to conduct sputtering. The electron in the plasma is attracted by the positive potential to neutralize the plus ion accumulated on the insulator and high-resistance film, and the abnormal discharge due to an arc discharge is not generated.

COPYRIGHT: (C)1995,JPO



BEST AVAILABLE COPY

特開平7-224379

(43) 公開日 平成7年(1995)8月22日

(51) Int.Cl.<sup>4</sup>

C 2 3 C 14/34

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

R 8414-4K

A 8414-4K

M 8414-4K

審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願平6-17653

(22) 出願日 平成6年(1994)2月14日



(71) 出願人 000231464

日本真空技術株式会社

神奈川県茅ヶ崎市萩園2500番地

(72) 発明者 太田 淳

千葉県山武郡山武町横田523 日本真空技術株式会社千葉超材料研究所内

(72) 発明者 羽賀 日出明

千葉県山武郡山武町横田523 日本真空技術株式会社千葉超材料研究所内

(72) 発明者 谷 典明

千葉県山武郡山武町横田523 日本真空技術株式会社千葉超材料研究所内

(74) 代理人 弁理士 北村 欣一 (外2名)

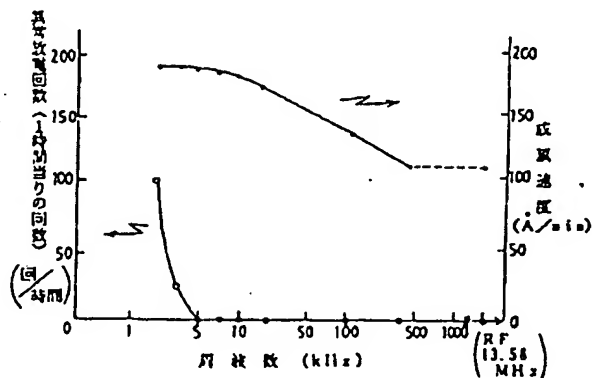
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 スパッタ方法およびそのスパッタ装置

(57) 【要約】

【目的】 反応ガス雰囲気中で直流スパッタ法により導電性ターゲットにスパッタリングを行っても高速成膜が可能であり、かつ、長時間スパッタリングを行っても異常放電のないスパッタ成膜が出来るスパッタ方法。

【構成】 反応ガス雰囲気中で直流スパッタ法により導電性ターゲットにスパッタリングを行って基板上に薄膜を形成するスパッタ法において、負電位の導電性ターゲットに正電位を一定の周波数でパルス状に印加しながらスパッタリングする。



PTO 99-4732

S.T.I.C. Translations Branch

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 反応ガス雰囲気中で直流スパッタ法により導電性ターゲットにスパッタリングを行って基板上に薄膜を形成するスパッタ法において、負電位の導電性ターゲットに正電位を周波数5～400kHzでパルス状に印加しながらスパッタリングすることとを特徴とするスパッタ方法。

【請求項2】 前記導電性ターゲットはSi、Al、Ta、Ti、C、ITO、ZnO、SnO<sub>2</sub>またはこれらの合金であり、また、反応ガスはN<sub>2</sub>、O<sub>2</sub>、H<sub>2</sub>、NH<sub>3</sub>、CO、CO<sub>2</sub>、CH<sub>4</sub>、C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>、H<sub>2</sub>Oのいずれか1つまたは2つ以上の混合ガスであることを特徴とする請求項第1項に記載のスパッタ方法。

【請求項3】 真空処理室内に基板と導電性ターゲットを対向させて設け、反応ガス雰囲気中で直流スパッタ法により導電性ターゲットにスパッタリングを行って基板上に薄膜を形成するスパッタ装置において、負電位に正電位を周波数5～400kHzでパルス状に印加する電源を導電性ターゲットに接続したことを特徴とするスパッタ装置。

【請求項4】 前記導電性ターゲットはSi、Al、Ta、Ti、C、ITO、ZnO、SnO<sub>2</sub>またはこれらの合金であり、また、反応ガスはN<sub>2</sub>、O<sub>2</sub>、H<sub>2</sub>、NH<sub>3</sub>、CO、CO<sub>2</sub>、CH<sub>4</sub>、C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>、H<sub>2</sub>Oのいずれか1つまたは2つ以上の混合ガスであることを特徴とする請求項第3項に記載のスパッタ装置。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明はスパッタ方法およびそのスパッタ装置に関し、更に詳しくは、反応ガス雰囲気中で導電性ターゲットにスパッタリングを行うスパッタ方法およびそのスパッタ装置に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 従来から、反応ガス雰囲気中で導電性ターゲットにスパッタリングを行って基板上に誘電体膜、光学膜、保護膜等の膜を成膜するスパッタ方法に用いられるスパッタ装置としては、真空処理室内に基板とターゲットカソードを対向して設け、該ターゲットカソードに導電性ターゲットを装着し、真空処理室内を所定の雰囲気とした状態でターゲットに所定電圧を印加してターゲットにスパッタリングを行う装置が知られている。

【0003】 そして、スパッタリング時の電源としては直流電源、または例えば13.56MHzの高周波電源を用いている。

## 【0004】

【発明が解決しようとする課題】 前記従来のスパッタ装置を用いて基板上に誘電体膜、光学膜、保護膜等の膜を成膜する際、高周波電源を用いるRFスパッタリングは長時間異常放電なしに成膜することが可能であるが、成膜速度が遅いという問題がある。

【0005】 また、前記従来のスパッタ装置を用いて基板上に誘電体膜、光学膜、保護膜等の膜を成膜する際、直流電源を用いるDCスパッタリングは成膜速度は速いが、スパッタリングの経時と共に、ターゲット表面に絶縁物や高抵抗膜が堆積するため、異常放電を起こすという問題がある。

【0006】 スパッタリング中に異常放電が発生すると欠陥のない均質な膜を成膜する上で致命的な悪影響を及ぼす。

【0007】 従って、従来のスパッタ装置では通常RFスパッタリングを行っているが、高速成膜を必要とする場合は、DCスパッタリングを行い、ターゲット表面に絶縁物や高抵抗膜が堆積しないようにターゲット全面に亘ってエロージョン化するようにしているが、異常放電を十分に除去することが出来ない。

【0008】 本発明はかかる問題点を解消し、反応ガス雰囲気中でスパッタリングを行っても高速成膜が可能であり、かつ、長時間スパッタリングを行っても異常放電のないスパッタ成膜の可能なスパッタ方法およびそれに用いるスパッタ装置を提供することを目的とする。

## 【0009】

【課題を解決するための手段】 本発明のスパッタ方法は、反応ガス雰囲気中で直流スパッタ法により導電性ターゲットにスパッタリングを行って基板上に薄膜を形成するスパッタ法において、負電位の導電性ターゲットに正電位を周波数5～400kHzでパルス状に印加しながらスパッタリングすることとを特徴とする。

【0010】 また、前記導電性ターゲットはSi、Al、Ta、Ti、C、ITO、ZnO、SnO<sub>2</sub>またはこれらの合金とし、また、反応ガスはN<sub>2</sub>、O<sub>2</sub>、H<sub>2</sub>、NH<sub>3</sub>、CO、CO<sub>2</sub>、CH<sub>4</sub>、C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>、H<sub>2</sub>Oのいずれか1つまたは2つ以上の混合ガスとしてもよい。

【0011】 本発明のスパッタ装置は、真空処理室内に基板と導電性ターゲットを対向させて設け、反応ガス雰囲気中で直流スパッタ法により導電性ターゲットにスパッタリングを行って基板上に薄膜を形成するスパッタ装置において、負電位に正電位を周波数5～400kHzでパルス状に印加する電源を導電性ターゲットに接続したことを特徴とする。

【0012】 また、前記導電性ターゲットはSi、Al、Ta、Ti、C、ITO、ZnO、SnO<sub>2</sub>またはこれらの合金とし、また、反応ガスはN<sub>2</sub>、O<sub>2</sub>、H<sub>2</sub>、NH<sub>3</sub>、CO、CO<sub>2</sub>、CH<sub>4</sub>、C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>、H<sub>2</sub>Oのいずれか1つまたは2つ以上の混合ガスとしてもよい。

## 【0013】

【作用】 反応ガス雰囲気中で導電性ターゲットに直流電源より直流電圧を印加し、スパッタリングを行うとターゲットはスパッタされて基板上に薄膜が形成される。

【0014】長時間連続してスパッタリングを行うと、ターゲット上に堆積した絶縁物や高抵抗膜上に不活性ガスまたは反応ガスのプラス(+)イオンが蓄積される。このプラス(+)イオンの電荷がターゲット間、エロージョン部、アース電極等とアーク放電を引き起こして異常放電の原因となる。

【0015】この異常放電でターゲット材、絶縁物、高抵抗膜が粒子状となって飛散し、基板上に付着し、成膜された薄膜の欠陥となる。

【0016】ターゲットに直流電圧を印加してDCスパッタリングを行う際、負電位のターゲットに正電位を一定の周波数でパルス状に印加すると、正電位によりプラズマ中の電子を引き寄せ、ターゲット上に堆積した絶縁物、高抵抗膜上に蓄積するプラス(+)イオンの電荷を中和し、アーク放電による異常放電を防止する。

【0017】その際、ターゲットに印加する正電位の印加時間は負電位の時間に比べて極めて短くとも効果があるため、成膜速度は直流電流のみによる成膜速度より数%の減少となる程度であり、この成膜速度は高周波13.56MHzスパッタ時の成膜速度よりも高い。

【0018】

【実施例】以下添付図面に従って本発明の実施例について説明する。

【0019】図1は、スパッタ装置の1例を示すもので、図中、1は真空処理室を示す。

【0020】真空処理室1を外部のクライオポンプのような真空ポンプ等の真空排気系2にバルブ3を介して接続し、該真空処理室1内の真空度を調節自在とすると共に、真空処理室1内に基板4とターゲットカソード5とを対向に配置し、該ターゲットカソード5の前面に導電性ターゲット6をロウ材でボンディングするようにしたまた、該真空処理室1内にガス導入管7を介してガスボンベ等のガス供給源8よりスパッタガスを導入するようにした。図示例ではガス導入管7を分岐し、一方の分岐管9aにガス圧調節弁10aを介して不活性ガス(例えばアルゴンガス)のガス供給源8aを接続し、他方の分岐管9bにガス圧調節弁10bを介して反応ガス(例えば窒素ガス)のガス供給源8bを接続した。

【0021】また、ターゲットカソード5に直流電源11をパルスユニット12を介して接続し、パルスユニット12を調節して導電性ターゲット6に負電位と正電位を所定の周波数でパルス状に印加するようにした。

【0022】また、ターゲットカソード5の背面側にマグネトロンスパッタのためのマグネット13を配置して、ターゲットカソード5に取り付けられた導電性ターゲット6の表面にマグネトロンスパッタに必要な磁場を与えるようにした。

【0023】次に、図1装置を用いて本発明のスパッタ方法の具体的実施例について説明する。

【0024】実施例1

まず、真空処理室1内に基板4と、ターゲットカソード5に導電性ターゲット6としてケイ素(Si)製ターゲットを装着した。

【0025】続いて、真空処理室1内を真空排気系2により $6.7 \times 10^{-1} \text{ Pa}$  ( $5 \times 10^{-1} \text{ Torr}$ )に排気した後、真空処理室1内にガス供給源8aからのアルゴン(Ar)ガスと、ガス供給源8bからの窒素( $\text{N}_2$ )ガスとから成る反応ガスをガス導入管7を介して導入して、該真空処理室1内のスパッタ圧が $6.7 \times 10^{-1} \text{ Pa}$  ( $5 \times 10^{-1} \text{ Torr}$ )となるようにした。次に基板4上に形成される窒化ケイ素( $\text{SiN}_x$ )の屈折率が2.03となるようにArガスと $\text{N}_2$ ガスの流量をそれぞれ100sccmと50sccmに調整した後、DCマグネトロンスパッタ法により導電性ターゲット6に直流電源11より直流電力3kWを印加し、負電位のターゲット6に正電位をパルスユニット12より周波数を2kHzから400kHzに変化させながらパルス状(図2参照)に印加し、スパッタリングを行って基板4上に膜厚900Åの窒化ケイ素( $\text{SiN}_x$ )膜を形成した。尚、負電位のターゲットにパルス状に印加する正電位の印加時間は周波数10kHzまでの場合は $10 \mu\text{sec}$ とし、周波数10kHzを超えて100kHzまでの場合は $5 \mu\text{sec}$ とし、周波数100kHzを超えた場合は $1 \mu\text{sec}$ とした。また、DCマグネトロンスパッタ時の磁場強度を250Oeとした。

【0026】そして異常放電回数と成膜速度を負電位の導電性ターゲット6に印加する正電位の周波数毎に測定した。得られた測定結果を図3に示す。

【0027】図3から明らかなように負電位に印加する正電位の周波数の増加に伴い、異常放電回数は減少し、周波数が5kHz以上ではその回数はほとんど0になり、これ以上の周波数で正電位を負電位のターゲットに印加すれば異常放電が発生しないことが分かる。また、負電位に印加する正電位の周波数が400kHz(時間 $1 \mu\text{sec}$ )の場合は、通常の高周波電源(13.56MHz)とほぼ同じ成膜速度となり、400kHz以上の周波数では正電位の印加は意味がない。従って、負電位のターゲットに印加する正電位の周波数範囲は5~400kHzであることが確認された。

【0028】また、周波数範囲5~400kHzでの成膜速度は高周波電源(13.56MHz)よりも高い成膜速度である。

【0029】反応ガス雰囲気中で直流スパッタ法により導電性ターゲットにスパッタリングを行うと、ターゲット上の非エロージョン部分に絶縁物または高抵抗膜が堆積し、従来の直流電源でターゲットに負の電位を放電し続けると、絶縁物上にプラス(+)の電荷が蓄積し、ターゲット、エロージョン部、アース電極との間でアーク放電を起こし、電荷を放出する。その結果異常放電が発生することになるが、本発明では図2に示すように負電位に正電位を周期的に、即ち一定の周波数で印加することにより前記の電荷を補償して異常放電の発生を防止するようにしている。

## 【0030】実施例2

反応ガスとして酸素 ( $O_2$ ) ガスを用い、スパッタ圧を  $6.7 \times 10^{-1} \text{ Pa}$  ( $5 \times 10^{-3} \text{ Torr}$ ) とし、直流電力を  $2 \text{ kW}$  とし、基板上に形成される酸化ケイ素 ( $SiO_x$ ) の屈折率が1.46となるように酸素流量を調整した以外は前記実施例1と同様の方法でDCマグネトロンスパッタ法によりターゲットにスパッタリングを行って基板上に膜厚1000Åの酸化ケイ素 ( $SiO_x$ ) 膜を形成した。

【0031】そして異常放電回数を負電位のターゲットに印加する正電位の周波数毎に測定した。得られた測定結果を図4に示す。

【0032】図4から明らかなように負電位に印加する正電位の周波数は約  $5 \text{ kHz}$  で異常放電をほぼ防止し得ることが分かる。

【0033】尚、図4における  $SiNx$  の測定結果 (黒丸印) は前記実施例1の測定結果を参考のために記載したものである。

## 【0034】実施例3

導電性ターゲットとしてグラファイト (C) を用い、反応ガスとしてメタン ( $CH_4$ ) ガスを用い、スパッタ圧を  $6.7 \times 10^{-1} \text{ Pa}$  ( $5 \times 10^{-3} \text{ Torr}$ ) とし、直流電力を  $2 \text{ kW}$  とした以外は前記実施例1と同様の方法でDCマグネトロンスパッタ法によりターゲットにスパッタリングを行って基板上に膜厚  $200 \text{ Å}$  のダイヤモンドライクカーボン (DLC) 膜を形成した。

【0035】そして異常放電回数を負電位のターゲットに印加する正電位の周波数毎に測定した。得られた測定結果を図4に示す。

【0036】図4から明らかなように負電位に印加する正電位の周波数は約  $5 \text{ kHz}$  で異常放電をほぼ防止し得ることが分かる。

【0037】前記実施例1, 2, 3の結果から、導電性ターゲット材料、放電状態によりプラス (+) の電荷の蓄積量が異なるため、異常放電はターゲットに印加する周波数に大きく依存する。従って、周波数  $5 \text{ kHz}$  以上であれば、種々のターゲット材料でもスパッタリング中の異常放電を大幅に減少することが出来ることになる。

## 【0038】実施例4

導電性ターゲットとしてアルミニウム (Al)、チタン (Ti)、タンタル (Ta)、またはこれらの合金例えば  $Al-2at\%Ti$  を用い、反応ガスとして窒素 ( $N_2$ )、酸素 ( $O_2$ )、水素 ( $H_2$ )、一酸化炭素 (CO)、二酸化炭素 ( $CO_2$ )、アンモニア ( $NH_3$ )、水 ( $H_2O$ ) を単独、或いは2種以上を用い、これらを種々組み合わせし、その他の条件を前記実施例1と同様にしてDCマグネトロンスパッタ法により基板上に酸化物、窒化物、炭化物のいずれかの薄膜を形成したが、負電位に印加する正電位が周波数  $5 \text{ kHz}$  以上ではスパッタリング中に異常放電の発生は見られなかった。

【0039】また、前記実施例1では導電性ターゲットに  $Si$  を用い、反応ガスとして窒素ガスをを用いて基板上に窒化ケイ素 ( $SiNx$ ) 膜を形成したが、導電性ターゲットとして  $Si$  の代わりに  $In_2O_3-SnO_2$  焼結体 (ITO)、酸化亜鉛 ( $ZnO$ )、酸化スズ ( $SnO_2$ ) を用い、反応ガスとして窒素ガスの代わりに酸素 ( $O_2$ )、一酸化炭素 (CO)、二酸化炭素 ( $CO_2$ )、水 ( $H_2O$ ) 等の酸素を含むガス、またはそのガスに水素ガス ( $H_2$ ) 混合したガスを用い、負電位のターゲットに印加する正電位の周波数を  $5 \sim 400 \text{ kHz}$  とした直流スパッタ法 (DCマグネトロンスパッタ法) により基板上に透明導電膜であるITO、 $ZnO$ 、 $SnO_2$  の薄膜を形成することが出来る。

【0040】図1装置では負電位に一定の周波数で正電位をパルス状に印加する電源装置として直流電源とパルス電源の組み合わせた装置としたが、これに限定されるものではなく、図2に示すような負電位に正電位が周期的 (パルス状) に印加される一体型の電源装置としてもよい。

## 【0041】

【発明の効果】本発明のスパッタ方法によるときは、反応ガス雰囲気中で、負電位の導電性ターゲットに正電位を一定の周波数でパルス状に印加しながらスパッタリングを行うようにしたので、スパッタリング中にターゲット上に堆積した絶縁物、高抵抗膜上に蓄積するプラスイオンの電荷を中和することが出来て、アーク放電による異常放電を防止しながら長時間に亘って速い成膜速度で基板上に欠陥のない均質な薄膜を形成することが出来る効果がある。

【0042】また、本発明のスパッタ装置によるときは、導電性ターゲットに負電位に正電位を一定の周波数でパルス状に印加する電源を接続するようにしたので、アーク放電による異常放電を防止しながら長時間に亘って速い成膜速度で基板上に欠陥のない均質な薄膜を形成することが出来るスパッタ装置を提供する効果がある。

## 【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明のスパッタ方法を実施するためのスパッタ装置の1例の概略断面側面図。

【図2】 図1装置による導電性ターゲットに印加される電位のモデル図。

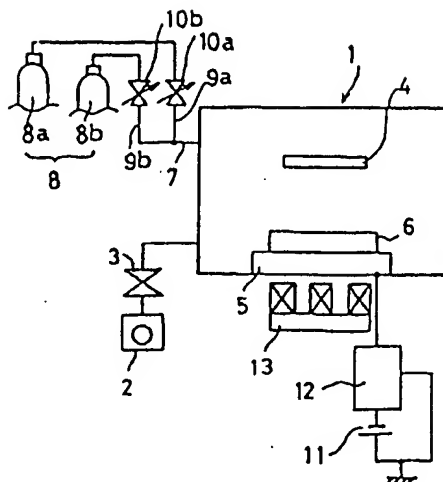
【図3】 本発明スパッタ方法の1実施例における成膜時の周波数と異常放電回数との関係、並びに周波数と成膜速度との関係を示す特性線図。

【図4】 本発明スパッタ方法の他の実施例における成膜時の周波数と異常放電回数との関係を示す特性線図。

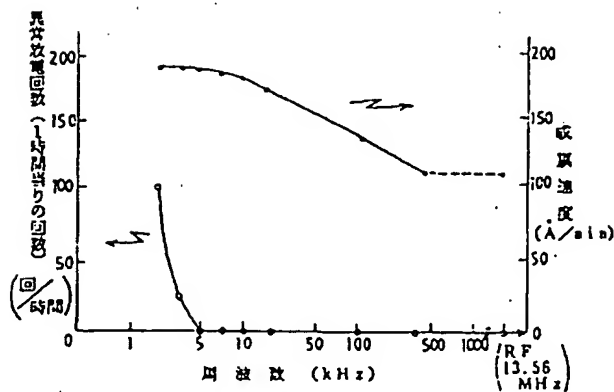
## 【符号の説明】

1 真空処理室、 2 真空排気系、 4 基板、 6 導電性ターゲット、 7 ガス導入管、 8 スパッタガス供給源、 11 直流電源、 12 パルスユニット。

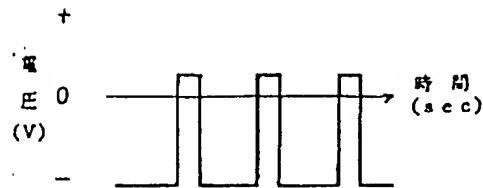
【図1】



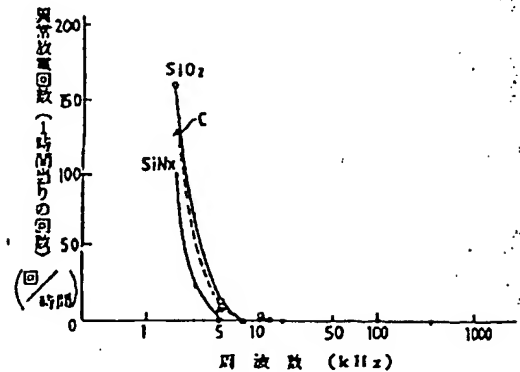
【図3】



【図2】



【図4】



フロントページの続き

- (72)発明者 郷 紅▲こう▼  
千葉県山武郡山武町横田523 日本真空技術株式会社千葉超材料研究所内
- (72)発明者 小松 孝 ~  
千葉県山武郡山武町横田523 日本真空技術株式会社千葉超材料研究所内
- (72)発明者 中村 久三 ~  
千葉県山武郡山武町横田523 日本真空技術株式会社千葉超材料研究所内
- (72)発明者 桃野 健 ✓  
千葉県山武郡山武町横田523 日本真空技術株式会社千葉超材料研究所内
- (72)発明者 川村 裕明 ✓  
千葉県山武郡山武町横田523 日本真空技術株式会社千葉超材料研究所内

- (72)発明者 鈴木 郁生  
千葉県山武郡山武町横田523 日本真空技術株式会社千葉超材料研究所内
- (72)発明者 池田 智  
千葉県山武郡山武町横田523 日本真空技術株式会社千葉超材料研究所内
- (72)発明者 石川 道夫  
千葉県山武郡山武町横田523 日本真空技術株式会社千葉超材料研究所内
- (72)発明者 太田 賀文  
千葉県山武郡山武町横田523 日本真空技術株式会社千葉超材料研究所内
- (72)発明者 松本 昌弘  
千葉県山武郡山武町横田523 日本真空技術株式会社千葉超材料研究所内

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

☐ BLACK BORDERS

☒ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES

☒ FADED TEXT OR DRAWING

☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING

☐ SKEWED/SLANTED IMAGES

☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS

☐ GRAY SCALE DOCUMENTS

☒ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT

☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY

☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**